

Method of manufacturing cellulosic bodies using coagulation bath

Patent number: DE19717257
Publication date: 1998-10-29
Inventor: FRISCHMANN GUENTER DR (DE); WACHSMANN
ULRICH DR (DE); PITOWSKI JUERGEN (DE)
Applicant: AKZO NOBEL NV (NL)
Classification:
- **international:** D01F2/02
- **european:** D01F2/00
Application number: DE19971017257 19970424
Priority number(s): DE19971017257 19970424

Abstract of DE19717257

Cellulosic bodies are shaped in a warm state from a solution of cellulose in a tertiary amino-oxide and exposed to a gas stream before entering a coagulating bath. The gas stream is turbulent with a degree of turbulence of at least 1%. The gas stream has a degree of turbulence of between 1 deg and 5 deg . The gas flow is in a direction normal to the solution.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide



⑮ **BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES
PATENTAMT**

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑩ **DE 197 17 257 A 1**

⑤ Int. Cl.⁶:
D 01 F 2/02

⑲ Aktenzeichen: 197 17 257.1
⑳ Anmeldetag: 24. 4. 97
㉓ Offenlegungstag: 29. 10. 98

DE 197 17 257 A 1

⑦① Anmelder:
Akzo Nobel N.V., Arnheim/Arnhem, NL

⑦④ Vertreter:
Fett, G., Dipl.-Ing., Pat.-Ass., 46446 Emmerich

⑦② Erfinder:
Frischmann, Günter, Dr., 64404 Bickenbach, DE;
Wachsmann, Ulrich, Dr., 63820 Elsenfeld, DE;
Pitowski, Jürgen, 63897 Miltenberg, DE

⑤⑥ Entgegenhaltungen:
WO 96 21 758
WO 95 01 470
H.Schlichting "Grenzschichttheorie, 5.Aufl.,
Verlag G.Braun, 1965, S.530,531;

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

- ⑤④ Verfahren zur Herstellung cellulosischer Formkörper
⑤⑦ In einem Verfahren zur Herstellung cellulosischer Formkörper, wie beispielsweise Fasern oder Filamente, aus einer Lösung von Cellulose in einem tertiären Amin-oxid, die in warmem Zustand geformt wird, wird die geformte Lösung vor dem Einbringen in ein Fällbad einem Gasstrom ausgesetzt, der turbulent ist und einen Turbulenzgrad von mindestens 1% aufweist.

DE 197 17 257 A 1

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung cellulosischer Formkörper indem eine Lösung von Cellulose in einem tertiären Aminoxid in warmem Zustand geformt wird und vor Einbringen in ein Fällbad einem Gasstrom ausgesetzt wird.

Die WO 95/01470 offenbart ein Verfahren zur Herstellung cellulosischer Fasern aus einer Lösung von Cellulose in einem tertiären Aminoxid, wie beispielsweise N-Methylmorpholin-N-oxid (NMMO). Die Celluloselösung wird durch eine Spinn Düse extrudiert, und die zu Fasern geformte Lösung wird anschließend in dem sogenannten Luftspalt verstreckt und gekühlt und dann in ein Fällbad zur Koagulation der Cellulose eingebracht. Beim Verfahren der WO 95/01470 wird zur Kühlung ein Gasstrom eingesetzt, der im wesentlichen laminar ist, d. h. möglichst keine Turbulenzen aufweist.

Zur Charakterisierung von Strömungen wird häufig die Reynolds'sche Zahl verwendet, die für laminare Strömungen kleiner als 2320 ist. Alternativ kann zur Beschreibung der Strömungseigenschaften auch der Turbulenzgrad herangezogen werden, der definiert ist als der Quotient aus der Wurzel der mittleren quadratischen Schwankungsgeschwindigkeit und der mittleren Strömungsgeschwindigkeit. Für eine laminare Strömung beträgt der Turbulenzgrad etwa 0,05% (H. Schlichting, "Grenzschichttheorie", Verlag G. Braun 5. Auflage 1965, Seiten 530, 531).

Mit der Maßnahme einer im wesentlichen laminaren Gasströmung soll bei der WO 95/01470 erreicht werden, daß unter Verwendung einer Spinn Düse mit hoher Lochdichte ein dichter Fadenverband gesponnen werden kann, wobei die textilen Eigenschaften der gesponnenen Fäden besser eingestellt werden können. Besonders betont wird in diesem Zusammenhang die geringe erzielbare Fadenfeinheit.

Der vorliegenden Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Herstellung cellulosischer Formkörper, indem eine Lösung von Cellulose in einem tertiären Aminoxid in warmem Zustand geformt wird und vor Einbringen in ein Fällbad einem Gasstrom ausgesetzt wird, zur Verfügung zu stellen, das eine hohe Spinnstabilität aufweist.

Diese Aufgabe wird bei dem genannten Verfahren dadurch gelöst, daß der Gasstrom turbulent ist und einen Turbulenzgrad von mindestens 1% aufweist.

Insbesondere weist der Gasstrom einen Turbulenzgrad von 1 bis 8% auf, bevorzugt 1 bis 5% und insbesondere 1,35 bis 2%.

Vorteilhaft ist es, wenn der Gasstrom im wesentlichen senkrecht auf die geformte Lösung gerichtet wird.

Unter Formkörpern sind im Rahmen der vorliegenden Erfindung Fasern oder Filamente zu verstehen, aber auch Membranen, wie Hohlfasern oder Flachmembranen, oder Filme.

Die Messung des Turbulenzgrades des Gasstroms erfolgt in Rahmen der vorliegenden Erfindung mit einem Laser-Doppler-Anemometer Typ 5490 A, das von der Firma DANTEC, Ettlingen bezogen wurde (Hersteller: ION TECHNOLOGY, Salt Lake City). Das Gerät arbeitet mit einem Argon-Ionen-Strichlaser (linear polarisiert) bei einer Wellenlänge von 514,5 nm. Mit diesem Gerät ist eine punktuelle, mehrdimensionale Messung stationärer Strömungsgeschwindigkeiten möglich, wobei die Messung berührungslos und ohne die Strömung störende Sonden erfolgt.

Die Messung des Turbulenzgrades des in dem Luftspalt strömenden Gases, beispielsweise Luft, erfolgte während des Spinnvorgangs. Das Laser-Doppler-Anemometer wurde in Verbindung mit dem Auswertprogramm CDB "Brust 3.0" vom gleichen Lieferanten betrieben, und der Turbulenzgrad konnte somit online bestimmt werden.

Im folgenden wird die Erfindung anhand von Beispielen näher erläutert und beschrieben.

Eine Lösung aus 14 Gew.-% Cellulose, 74,9 Gew.-% NMMO, 11 Gew.-% Wasser und 0,1 Gew.-% Gallussäurepropylester als Stabilisator wurde mit einer Spinn Düse mit 50 bzw. 100 Düsenlöchern bei einer Temperatur zwischen 110 und 115°C zu Fasern extrudiert. Die geformte Celluloselösung wurde dann in einem Luftspalt verstreckt und in einem wäßrigen Bad koaguiert. Anschließend wurden die Fasern gewaschen, getrocknet und aufgewickelt.

Im Luftspalt erfolgte eine Anblasung der Fasern mit Luft. Das aus 50 oder 100 einzelnen Fasern bzw. Filamenten bestehende Faserbündel wurde im Luftspalt von der Seite, also im wesentlichen senkrecht, über die Anblaslänge (ABL in mm) mit Luft angeblasen, die eine Temperatur von 14 bis 25°C aufwies und deren Turbulenzgrad mit dem oben beschriebenen Laser-Doppler-Anemometer und Auswertprogramm bestimmt wurde. In der nachfolgenden Tabelle, in der die Beispiele mit den Nummern 1 bis 3 Vergleichsbeispiele und die Nummern 4 bis 8 erfindungsgemäße Beispiele darstellen, bedeutet n die Filamentanzahl, T der Filamenttiter in dtex, LST die Luftspalttiefe in mm, worunter dies Abmessung des Filamentbündels senkrecht zum Filamentbündel und damit parallel zur Anblasrichtung zu verstehen ist, also die Strecke, die die Anblasung zu durchdringen hat. SG stellt die Spinn geschwindigkeit in m/min dar. Die Abkürzung TBG bezeichnet den Turbulenzgrad in % und SSE die Anzahl von Spinnstörungen pro Einzelfilament in 1/h. Zur Ermittlung dieser Größe wurde in Dauerspinnversuchen die Laufzeit ohne Spinnstörungen gemessen. Nach Auftreten einer Spinnstörung, beispielsweise in Form von Filamentabrissen im Luftspalt, wurde erneut angesponnen und erneut die Zeit gemessen. Aus dem Mittelwert t dieser Zeiten wurde für jedes der nachfolgenden Beispiele die Anzahl Spinn-Störungen pro Stunde pro Einzelfilament nach der Gleichung:

$$SSE = 1/(t \cdot n)$$

berechnet, wobei n die Anzahl der Düsenlöcher der bei der Spinnung eingesetzten Düse, also die Filamentanzahl, darstellt.

Nr.	n	T/dtex	ABL/mm	LST/mm	SG/(m/min)	TBG/%	SSE/(1/h)	
1	50	1,3	130	50	600	0,82	*n.m.	
2	100	1,0	150	50	600	0,85	0,1	5
3	50	1,3	130	50	600	0,99	0,01	
4	50	1,3	130	50	600	1,35	0,0029	
5	100	1,0	150	50	600	1,45	0,0014	10
6	100	0,9	120	49	400	1,68	0,00071	
7	50	1,1	140	70	650	1,35	0,001	
8	50	1,0	130	20	800	1,45	0,0025	15

*n.m.: nicht meßbar

Bei dem Vergleichsbeispiel 1, bei dem die Filamente einem Gasstrom ausgesetzt wurden, der nur einen Turbulenzgrad 0,82% aufwies, war eine Spinnung nicht möglich. Bei einem Turbulenzgrad von 0,85% (Vergleichsbeispiel 2) war eine Spinnung möglich, die Anzahl von Spinnstörungen betrug aber noch 0,1 1/h. Setzt man dagegen Luft mit einem Turbulenzgrad größer als 1% ein, tritt eine deutliche Abnahme der Spinnstörungen auf. Dies muß als sehr überraschend angesehen werden, da man erwarten würde, daß das Vorhandensein von Turbulenzen in der im Luftspalte die Fasern umgebenden Gasströmung sich negativ auf die Spinnstabilität auswirkt und somit zu einer Zunahme von Spinnstörungen führt. So konnte – wie in Beispiel 8 gezeigt – bei einem Turbulenzgrad von 1,45% sogar bei einer Spinnengeschwindigkeit von 800 m/min problemlos gesponnen werden.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung cellulosischer Formkörper indem eine Lösung von Cellulose in einem tertiären Amin-oxid in warmem Zustand geformt wird und vor Einbringen in ein Fällbad einem Gasstrom ausgesetzt wird, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Gasstrom turbulent ist und einen Turbulenzgrad von mindestens 1% aufweist.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Gasstrom einen Turbulenzgrad von 1 bis 8%, insbesondere 1 bis 5% aufweist.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Gasstrom einen Turbulenzgrad von 1,35 bis 2% aufweist.
4. Verfahren nach Anspruch 1, 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß der Gasstrom im wesentlichen senkrecht auf die geformte Lösung gerichtet wird.

- Leerseite -